

BEST AVAILABLE COPY

⑩日本国特許庁(JP)

⑪特許出願公開

⑫公開特許公報(A) 平2-207014

⑬Int.Cl.:

A 61 K 7/02

識別記号

厅内整理番号

N 7306-4C

⑭公開 平成2年(1990)8月16日

審査請求 未請求 請求項の数 4 (全15頁)

⑮発明の名称 化粧用組成物及びその製造方法

⑯特 願 平1-28456

⑰出 願 平1(1989)2月6日

⑱発明者 萩本 弘義 奈良県北葛城郡香芝町鎌田429

⑲発明者 井関 清治 大阪府柏原市法善寺1丁目11-36

⑳発明者 松井 俊隆 大阪府大阪市西区千代崎1丁目7-13

㉑発明者 木田 吉重 奈良県磯原市見瀬町2034番地

㉒出願人 岡村製油株式会社 大阪府柏原市河原町4番5号

㉓代理人 弁理士 澤 喜代治

明細書

1. 発明の名称

化粧用組成物及びその製造方法

2. 特許請求の範囲

(1)化粧用基材と透明性酸化鉄系顔料からなる化粧用組成物において、透明性酸化鉄系顔料が超微粒子マグネタイトであり、且つ該超微粒子マグネタイトは粒度範囲が50-350Åの超微粒子マグネタイトを92.5重量%以上含むことを特徴とする化粧用組成物。

(2)超微粒子マグネタイトに安定剤が含有されている請求項1記載の化粧用組成物。

(3)可溶性第一鉄塩と可溶性第二鉄塩を含む水溶液に塩基性水溶液を加えて酸性領域で平均粒径が300Å以下の透明で精緻の水和酸化鉄のゾルを調整する工程(A)。

上記工程(A)で得られた水和酸化鉄のゾルを至適以上で晶出し安定化する工程(B)。

上記工程(B)で得られた分散液に一次界面活性剤を加えて水和酸化鉄のゾルを複合させる工程(C)

3.

上記工程(C)で得られた水和酸化鉄のゾルを複合させた溶液に有機分散液を加えて高濃ゾルを有機層に移行、分散させ、これを水洗、脱水する工程(D)。

上記工程(D)で得られた溶液を分散し、その有機層を採取し、これに水を加えて濃度5%以上で加熱、液体しつつ塩基性水溶液を加えてpH9以上にすることにより超微粒子マグネタイトとする工程(E)。

上記工程(E)で得られた溶液を水洗し、水層を除去後、新たに水を加える工程(F)。

上記工程(F)で得られた溶液に二次界面活性剤を加えて超微粒子マグネタイトを水層に移行、分散させた後、有機分散液を除去する工程(G)。

上記工程(G)で得られた水層分散性超微粒子マグネタイトを化粧用基材に添加して混合する工程(H)。

よりなる化粧用組成物の製造方法。

(4)可溶性第一鉄塩と可溶性第二鉄塩を含む水溶液

液に遮蔽性水溶液を加えて酸性領域で平均粒径が300Å以下の透明で褐色の本和銅化鉄のソルを調整する工程(A)。

上記工程(A)で得られた水和銅化鉄のソルを室温以上で熟成安定化する工程(B)。

上記工程(B)で得られた分散液に安定剤を加え、一次界面活性剤を加えて水溶銅化鉄のソルを凝聚させる工程(C)。

上記工程(C)で得られた水和銅化鉄のソルを凝聚させた溶液に有機分散液を加えて該ソルを有機溶剂に移行、分散させ、これを水洗、脱脂する工程(D)。

上記工程(D)で得られた溶液を分離し、その有機層を採取し、これに水を加えて温度50度以上で加熱、攪拌しつつ遮蔽性水溶液を加えてpH9以上にすることにより超微粒子マグネットイトを生成する工程(E)。

上記工程(E)で得られた溶液を水洗し、水洗を除去後、新たに水を加える工程(F)。

上記工程(F)で得られた溶液に二次界面活性剤

を加えて超微粒子マグネットイトを水溶に移行、分散させた後、有機分散液を除去する工程(G)。

上記工程(G)で得られた水溶分散性超微粒子マグネットイトを化粧用基材に添加して混合する工程(H)。

よりなる化粧用組成物の製造方法。

3. 発明の詳細を説明

(a) 理論上の利用分野

本発明は、本に纏めて容易に分散する超微粒子マグネットイトを顔料とした化粧用組成物に関するものである。

(b) 説明の技術

従来、黒色顔料として最も多くのものが知られているが、その中で最も代表的なものとしては、鉄墨(四三酸化鉄)とカーボンブラックが挙げられる。

これらの黒色顔料のうち、カーボンブラックはその製造過程でベンゼンピレン等の発ガン性物質が生成し、これを化粧用組成物に用いる場合、安全衛生上の問題が指摘されている。

また、カーボンブラックを黒色顔料として化粧

用組成物に用いる場合、一般にこれらの顔料と同時に配合される他の粉体例えばタルク等との比重の違いや粉体表面の親水性・親油性の違いから分散性が悪く、最悪の場合には凝聚を引き起こしてしまうなどの欠点があった。また、同様にこれらの顔料を配合した化粧用組成物は、伸び、並がりが悪化し、使用感がさらつくなどの弊害を引き起こしがちであり、又に頭へ塗布した際にはこれらの顔料と他の粉体とが分離、即ち色分かれ現象を起こすなどの欠点もあった。

そこで、超微粒子マグネットイトが注目され、化粧用組成物の安全な顔料として検討されている。

従来、超微粒子マグネットイトを黒色顔料として用いた化粧用組成物としては以下のものが挙げられる。

即ち、平均粒径が10~200Åであって陰イオン界面活性剤の一種又は二種以上で表面処理された超微粒子マグネットイトを化粧用基材に含有させてなるものである。(特開昭61-289012号公報)。

(c) 発明が解決しようとする課題

しかしながら、このものは平均粒径が10~300Åと広い範囲に亘っているが、これでは粒径の極めて小さいものから極めて大きいものまで含まれるために、以下に述べる課題がある。

即ち、超微粒子マグネットイトの粒径が50Å未満では、粒子が細か過ぎて接着で不安定であるため脱化されて変色変質の原因となり、また、このように、粒子が小さすぎると粒子同士が物理的に結合するので粒子が巨化して凝聚する結果、分散性が悪くなり、更に、この超微粒子が毛根内に入りこむのでクレンジングの際の洗浄性が悪くなり、一方、粒径が350Åを超えると、粒子が大きすぎて分散性が悪くなり、しかも化粧用組成物の伸びや並がりが悪化する上、使用感がさらつくなどの弊害を引き起こしがちであり、更に適用性が低下する結果、化粧ばえが悪くなりやすくなる、などの課題がある。

ところが、従来のように、平均粒径が10~300Åと広く、しかもこのものは、平均粒径がこ

の範囲でもその粒度分布は更に大きく広がっており、従って、粒径が50～350Å以外のものも數十%以上含まれており、上述の数多くの弊害を有するのである。

本発明は、上記課題に鑑み、粒度の揃った超微粒子マグネットイトを分散質とし、分散質が極めて良好で沈降や凝聚が生じず、又、超微粒子マグネットイトが安定で電荷変異がなく、しかもクレンジングの際の洗浄性が著しく良好であり、且つ化粧用組成物の伸びや詰めりが良好する上、使用感が優れ、更に透明性がよく、化粧ほえがよくなる化粧用組成物及びその製造方法を提供することを目的とする。

(d) 混合を解決するための手段

本発明者らは、上記課題を解決すべく調査、検討を重ねた結果、以下の知見を得た。

即ち、可溶性第一鉄塩と可溶性第二鉄塩を含む溶液に堿基性水溶液を加えて超微粒子マグネットイトを一挙に形成し、次にこの超微粒子マグネットイト表面に不溶性脂肪酸塩類を添加して超微粒子マ

グネットイトを不溶性脂肪酸で被覆したのでは超微粒子マグネットイトの粒度が大きくバラツキ、このため、所要の化粧用組成物が得られないとの知見を得た。

そこで、超微粒子マグネットイトを分散質とする水溶分散性超微粒子マグネットイトを製造するにあたり、堿基性水溶液を2段階に分けて添加し、その第一段階ではpHを抑制して酸性領域で平均粒径が300Å以下で透明で陽性の水和鐵化鉄のゾルを調製した後、これを熟成すると、驚くべきことに、ゾルの粒径が固うのであり、次いで、これに堿基性水溶液を加えて(第二段階)pHを9以上にすることにより粒度範囲が50～350Åの超微粒子マグネットイトが95重量%以上の割合で得られ、しかもこの超微粒子マグネットイトは、分散性が著しく優れる上、安定で、且つ化粧用組成物の成分として至適優れとの知見を得た。

又、本発明者らの実験結果によると、上記粒度範囲外の超微粒子マグネットイトが7.5重量%未満含まれていても化粧用組成物として実用上問題

がないとの知見を得た。

本説明は、上記知見に基づき完成されたものである。

即ち、本願請求項1の化粧用組成物は、化粧用基材と透明性酸化鉄系顔料からなる化粧用組成物において、透明性酸化鉄系顔料が超微粒子マグネットイトであり、且つ該超微粒子マグネットイトは粒度範囲が50～350Åの超微粒子マグネットイトを95重量%以上含むことを特徴とするものである。

本発明に用いられる化粧用基材とは化粧の目的に使用されるものであれば特に限定されるものであって黒色乃至ブラウン色の顔料を添加して化粧用組成物として用いるものであれば特に限定されるものではない。

具体的には、例えば以下のものが挙げられる。

(4) アイシャドウ

例えば液状、クリーム状、棒状等のもの

(5) 眉墨

例えば液状、棒状等のもの

(ハ) マスカラ

例えば液状、クリーム状、棒状、ケーキ状等のもの

(ニ) アイライナー

例えば液状、棒状等のもの

そして、本発明においては、上記化粧用基材に透明性酸化鉄系顔料が含有されるが、この透明性酸化鉄系顔料が超微粒子マグネットイトであり、且つ該超微粒子マグネットイトは粒度範囲が50～350Åの超微粒子マグネットイトを92.5重量%以上含むことを特徴とするものである。

上記超微粒子マグネットイトの粒度範囲が、50Å未満では粒子が細か過ぎて溶性で不安定となり、空気酸化されて電荷変異の原因となり、また、このように、粒子が小さすぎると粒子同士が物理的に結合するので粒子が巨大化して凝聚する結果、分散性が悪くなり、加えて、この凝聚粒子が毛細管に入りこむのでクレンジングの際の洗浄性が著しく悪くなり、一方、粒径が350Åを超えると、粒子が大きすぎて分散性が悪くなり、しかも化粧

用組成物の伸びや伸びが悪化する上、使用量がさらつくななどの弊害を引き起こしからであり、更に透明度が低下する結果、化粧品が悪くなりくさんでみえるので望ましくない。

しかしながら、上記超微粒子マグネットとしで、上記粒度範囲のものが100重量%である必要はなく、この範囲外のものが7.5重量%未満までも、实用上何等問題がないことも確認された。

ところで、上記超微粒子マグネットは、その分散性を良好にするために、界面活性剤で被覆されているが、この界面活性剤としては表面活性性がなく、安全なものであれば特に規定をされるものではないが、特に食品に添加されたり、化粧品に添加されるものが最も好ましい。

そして、化粧用基材(A)と超微粒子マグネット(B)の配合割合は、上記(A)が100重量部に対して上記(B)が0.01~40重量部の範囲とするのが好ましく、上記(B)が0.01重量部未満では所要の色の化粧用組成物が得られない。

食物であれば有機化合物、無機化合物のいずれでもよく、特に規定されるものではない。そして、この安定剤は、負に荷電している超微粒子マグネットの表面に静電気的に結合し、超微粒子マグネットを安定化せるものである。

上記安定剤としては、例えば可溶性アルミニウム塩、可溶性亜鉛塩、可溶性オルト鉛酸塩、可溶性オルト鉛酸塩、エリソルビシ酸、羧酸子酸、アミノ酸類、レクタント類(アミノンゲクトン類)、錫、アンチモン、チタン、シリコニウム、ニオブ等の可溶性塩、フェニルジーナフチルアミン等のアミン類、クチオリン酸等のサン化合物、アルキルアミノカルボン酸類、アスコルビン酸、デヒドロ酢酸等が挙げられる。

本発明の化粧用組成物は、前述する製造方法によって、連続的且つ経済的に製造される。

次に、本願請求項3の発明、つまり上記請求項1の化粧用組成物の製造方法について詳細に説明する。

本発明においては、可溶性第一鉄塩と可溶性第

あり、一方、4日重量部を超えると弊害がないだけでなく、經濟性の点からも不利である。

本発明では、超微粒子マグネットにおいて、その粒度範囲及び所要範囲の重量は、超微粒子マグネットを調製し、これを10倍度し、300mlの純水に超音波で充分に分散させ、これを定量、超微粒子顕微鏡を用い、且つコンピュータでカウント、処理して算出したものである。

本発明の化粧用組成物は、前述する製造方法によって、連続的且つ経済的に製造される。

次に、本願請求項2の化粧用組成物について詳細に説明する。

本願請求項2の化粧用組成物は、上記化粧用組成物において、その超微粒子マグネットに安定剤が含有されてなる点に大きな特徴を有する。

即ち、この化粧用組成物は安定剤を添加する以外は、請求項1の化粧用組成物と同一であり、従って、他の説明は省略する。

上記安定剤としては、第一鉄イオンと第二鉄イオンの中和等電点(pH)で陽イオン化している化

二鉄塩を含む水溶液に堿基性水溶液を加えて酸性領域で平均粒径が390nm以下の透明で滑性の水和度化鉄のゲルを調整する工程(A)、を実施する。

本発明に用いられる可溶性第一鉄塩としては、水溶性は温水に可溶な第一鉄塩であれば特に規定されるものではなく、具体的には、例えば酸化第一鉄、奥化第一鉄、ヨウ化第一鉄、過塩素酸第一鉄、硫酸第一鉄、硝酸第一鉄、酢酸第一鉄、硫酸アンモニウム鉄等が挙げられる。

又、本発明に用いられる可溶性第二鉄塩としては、水溶性は温水に可溶な第二鉄塩であれば特に規定されるものではなく、具体的には、例えばフッ化第二鉄、塩化第二鉄、過塩素酸第二鉄、奥化第二鉄、硫酸第二鉄、硝酸第二鉄、チオシアン酸第二鉄、ショウ酸第二鉄、硫酸アンモニウム第二鉄、硫酸カリウム第二鉄等が挙げられる。

そして、上記可溶性第一鉄塩水溶液と可溶性第二鉄塩水溶液の濃度としては特に、0.1~540g/lの範囲とするのが好ましい。この濃度が、540g/lを超えると、獨りが生じたり重いは粒度分

者が最大である恐れがあるから好ましくなく、一方、0.1mol/l/2米溝では、濃度が薄くなり過ぎて量産性に欠け、極めて不經濟であるから好ましくない。

又、上記可溶性第一鉄塩(a)と可溶性第二鉄塩(b)のモル比としては特に規定されないが、黒色顔料として用いる場合、(a)が1に対し(b)が0.3～1.3の範囲とするのが好ましく、この範囲以外では、安定な超微粒子マグネットが得られないだけでなく、飽和磁化や黒色の配合が低いなどの理由より望ましくない。

又、上記塩基性水溶液としては、例えば水酸化ナトリウム、水酸化カリウム等のアルカリ金属水酸化物の水溶液、炭酸ナトリウム、炭酸カリウム等の炭酸塩水溶液、炭酸水素ナトリウム、炭酸水素カリウム、炭酸水素アンモニウム等の炭酸水素塩の水溶液、アンモニア水等が挙げられる。

又、上記塩基性水溶液の濃度としては、0.5～5mol/l/2とするのが好ましく、5mol/l/2を越えると濃度が高過ぎてpHの調整が困難になり、一方、

0.5mol/l/2未溝になると逆に濃度が薄くなり過ぎて量産が難くなり、このため、反応装置が大型化したり、取り扱いが悪くなるから好ましくない。

上記の可溶性第一鉄塩と可溶性第二鉄塩を含む水溶液に塩基性水溶液を加えてこれらを反応させて水和酸化鉄のゾルを調製するにあたり、酸性領域、通常pH1～4.5の範囲で行うのが好ましく、アルカリ性領域にすると一挙に超微粒子マグネットが生成し、後工程の熟成によっても粒度を保えることが困難となり、分散性及び品質の安定性等の観点より、望ましくない。

ところで、pHが1未溝ではpHが高くなり過ぎて水和酸化鉄のゾルを完全に得難い場合が有り、一方pHが4.5を越えると一挙に超微粒子マグネットが生成し、後工程の熟成によっても粒度を保えることが困難となり、分散性及び品質の安定性等の観点より、望ましくない場合が有るので、通常、pHが1～4.5の酸性領域で反応させるのが望ましい。

本発明においては、上記工程(A)で得られた水和酸化鉄のゾルを室温以上で熟成安定化する工程(B)、を実施する。

そして、この工程(B)で得られた水和酸化鉄のゾルの粒子性や形状がそのまま超微粒子マグネットの大きさや形状となり、従って、この工程(A)で超微粒子を調製するにあたり、熟成温度や熟成時間が重要となる。

この熟成温度としては室温以上であれば良いが、具体的には、温度20～45℃での範囲が好ましく、この温度が20℃未溝では熟成時間が長くなつて量産性に欠けたり、熟成が不充分となつて粒度を保えることができないのであり、又、45℃以上を越えると装置が複雑になるので好ましくない。

この場合、熟成温度が100℃を越えるとにはオートクレーブを用いれば良いのである。

又、熟成時間としては温度によつても異なるが、生産性、經濟性等の観点から1～24時間の範囲となるように調整するのが好ましい。

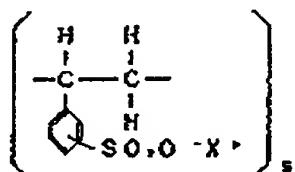
このように熟成することにより、粒度範囲が5

0～350Åの水和酸化鉄のゾルが95重量%以上の割合で得られるのである。

本発明においては、上記工程(B)で得られた分散液に一次界面活性剤を加えて水和酸化鉄のゾルを分散させる工程(C)、を実施する。

この一次界面活性剤としては、例えばドデシル硫酸ナトリウム、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、オブロニウムナトリウム、カブリル酸ナトリウム、ラシノール酸ナトリウム、ラウリル酸ナトリウム、オレイン酸ナトリウム、アルキルナフタリエンスルホン酸ナトリウム、或は、リン酸エステル類型の陰イオン界面活性剤、例えば、高級アルコールリン酸モノエステルジナトリウム塩等の陰イオン界面活性剤、オレイン酸、リノール酸、ラシノール酸、リノレイン酸、ラウリル酸、パルミチン酸、ミリスチン酸、ステアリン酸等の脂肪酸、低重合度メリカルボン酸の塩、例えば低重合度ポリアクリル酸ソーダ、低重合度ポリアクリル酸ブチル、低重合度ポリメタクリル酸ソーダ、

カゼイン塩いはそのアルカリ金属塩、アミノ酸塩いはその誘導体、アミノカルボン酸塩いはそのアルカリ金属塩、ヒドロキシカルボン酸塩いはそのアルカリ金属塩、更に、下記一般式



(ただし、分子量5000~600万)

で示されるスルホン化ポリスチレン、クロタチルスルホコハク酸ナトリウム、ポリオキシエチレンオレイルエーテル等の界面活性剤等が挙げられ、これらのうち特に高級不飽和脂肪酸又はそのアルカリ金属塩、シオクチルスルホコハク酸ナトリウム等のアルキルスルホコハク酸ナトリウム、ポリオキシエチレンオレイルニーケル等のポリオキシアルキレンオレイルエーテルを用いるのが好ましい。

この工程(C)において、一次界面活性剤水溶液の濃度や添加量は、用いる一次界面活性剤の種類

MEK、醋酸エチル、テトラヒドロフラン、ニチルエーテル、リグロイン、2-ヒドロキサン、アルキルナフタリン、ターピン油、脂肪酸、植物油等が挙げられる。

又、この工程(D)において、有機溶剤のソルを洗浄、脱脂する方法としては、特殊な技術を要するものではなく、水或いは熱水を用いて洗浄、分液洗浄を繰り返せばよいのである。

本発明においては、上記工程(D)で得られた溶液を分離し、その有機層を採取し、これに水を加えて温度50℃以上や加熱、攪拌しつつ堿基性水溶液を加えてpH9以上にすることにより超微粒子マグネタイトとする工程(E)、を実施する。

ここで用いられる堿基性水溶液としては、上述のものと同様のものが挙げられる。

そして、この堿基性水溶液を加えてpH9以上にすることにより超微粒子マグネタイトを生成するのである。この超微粒子マグネタイトの粒径は50~350Åの範囲のものを95重量%以上含み、粒度が極めて細っており、分散性が良好で、しか

によって異なるので適宜決定される。

上記一次界面活性剤の水溶液の濃度としては、0.05~1.00g/lの範囲とするのが望ましく、この濃度が、0.05~0.1g/l未満では濃度が薄くなりすぎて表面性に欠けるのであり、一方、1.00g/lを超えると濃度が高くなり過ぎて過剰の一次界面活性剤を加える恐れがあり、その取り扱いに相應の注意を要するので好ましくない。

又、上記一次界面活性剤の水溶液を細めて水和酸化鉄のソルを凝聚させるにあたり、その濃度は室温~250℃の範囲とするのが望ましい。

本発明においては、上記工程(C)で得られた水和酸化鉄のソルを凝聚させた溶液に有機分散媒を加えて当該ソルを有機層に移行、分散させ、これを水洗、脱脂する工程(D)、を実施する。

ここで用いられる有機分散媒としては水に不溶性のものであれば特に限定されるものではなく、具体的には、例えばn-ヘキサン、ロードデカン、トルエン、ベンタエリスリットカブロン酸エステル等のヒンダードエスタル、ケロシン、キシレン、

も化粧品の原料として挙げて品質の優れた超微粒子マグネタイトが得られるのである。

本発明においては、上記工程(E)で得られた溶液を水洗し、水層を除去後、新たに水を加える工程(F)、を実施する。

この工程(F)での水洗には特殊な技術や装置を要するものではなく、上記工程(D)と同様に行えば良いのである。

本発明においては、上記工程(F)で得られた溶液に二次界面活性剤を加えて超微粒子マグネタイトを水層に移行、分散させた後、有機分散媒を除去する工程(G)、を実施する。

ここで用いられる二次界面活性剤としては、陰イオン界面活性剤或いは非イオン界面活性剤であれば特に規定されるものではない。

上記陰イオン界面活性剤としては、特に限定されるものではなく、具体的には、たとえば脂肪酸石鹼、アルキルサルファート又はアルキルエーテルサルファートのアルカリ金属塩或いはニタノールアミン塩、アルキルベンゼンズルホン酸塩いは

そのアルカリ金属塩、クアルキルスルホコハク酸塩いはそのアルカリ金属塩、アルキルアルコシート、ボウカルボン酸塩いはそのアルカリ金属塩等が挙げられる。

上記非イオン界面活性剤としては、特に固定されるものではなく、ニーザル型、アルキルフェノール型、エスカル型、ソルビタンエスカルエーテル型、オキシニチレンブロックポリマー、オキシプロピレンブロックポリマー、ボウグリセリン脂肪酸エステル等が挙げられる。

この工程(G)では、所望により水洗されるが、この水洗は上記工程(D)と同様に行えばよいのである。

又、有機分散媒を除去する方法としては、有機溶の分離や蒸留等の方法を採用すればよいのである。

これによって、水晶分散性超微粒子マグネットが得られるが、この場合、分散媒である水を減圧蒸留することによって所望の濃度に濃縮しても良いのである。

超微粒子マグネットと化粧用基材が均一に混合され、しかも化粧用基材が熱劣化しないように、これらの基材の性質によって適宜決定される最適温度をいう。

上述の方法で得られた水晶分散性超微粒子マグネットは、急速の化粧用基材によく分散することが認められた。

そして、この水晶分散性超微粒子マグネットに、専用で化粧用基材中に混入される。

そして、化粧用基材(A)と超微粒子マグネット(B)の配合割合は、上記(A)が100重量部に対して上記(B)が0.01~40重量部の範囲とするのが許容しく、上記(B)が、0.01重量部未満では所要の色の化粧用組成物が得られないのであり、一方、40重量部を超えると意味がないだけでなく、経済性の点からも不利である。

かくして本願請求項1の化粧用組成物が、連続的且つ経済的に得られるのである。

次に、本願請求項4の化粧用組成物の製造方法について詳細に説明する。

上記工程(A)~(G)を経て水晶分散性超微粒子マグネットが得られるのであり、かくして得られた超微粒子マグネットは、粒径が細い、分散性が良好であり、その製造に調節が不要で生産性が良好であり、しかも、中性で品質の長期安定性が確保される上、化粧用組成物の原料として最適である。

本発明においては、最後に、上記工程(G)で得られた水晶分散性超微粒子マグネットを化粧用基材に添加して混合する工程(H)、を実施する。

又、この工程(H)に用いられる化粧用基材とは化粧の目的に使用されるものであれば特に固定されるものではなく、具体的には、上述のものか挙げられる。

上記水晶分散性超微粒子マグネットを化粧用基材に添加して混合するには、この超微粒子マグネットと上記化粧用基材をニーザー、高速混合機、ボールミル等の搅拌装置内に投入し、これを所望の速度で均一に搅拌、混合して得られる。

この場合において所望の濃度とは、水晶分散性

超微粒子マグネットと化粧用基材が均一に混合され、しかも化粧用基材が熱劣化しないように、これらの基材の性質によって適宜決定される最適温度をいう。

上記工程(A)で得られた水和酸化鉄のソルを室温以上で熟成安定化する工程(B)。

上記工程(B)で得られた分散液に安定剤を加えた後、一次界面活性剤を加えて水和酸化鉄のソルを凝聚させる工程(C)。

上記工程(C)で得られた水和酸化鉄のソルを凝聚させた溶液に有機分散媒を加えて当該ソルを有機層に移行、分散させ、これを水洗、貯蔵する工程(D)。

上記工程(D)で得られた溶液を分取し、その有機層を採取し、これに水を加えて濃度5%で以上で加熱、攪拌しつつ堿基性水溶液を加えてpH9以上にすることにより超微粒子マグネットを生成する工程(E)。

上記工程(E)で得られた溶液を水洗し、水洗を

脱水後、新たに水を加える工程(F)、

上記工程(F)で得られた溶液に二次界面活性剤を加えて超微粒子マグネットを水層に移行、分散させた後、有機分散液を除去する工程(G)、

上記工程(G)で得られた水層分散性超微粒子マグネットを化粧用基材に添加して混合する工程(H)、

ようなるものである。

この化粧用組成物の製造方法は、本願請求項3の化粧用組成物の製造方法において、その工程(C)において界面活性剤を加える前に、予め安定剤を加えた点に特徴を有し、従って、工程(A)及び工程(B)更に工程(D～H)は本願請求項3と同様であるので重複を避けるため説明を省略する。

上記安定剤としては、第一鉄イオンと第二鉄イオンの中和等電点(pH)で陽イオン化している化合物であれば腐食化合物、無機化合物のいずれでもよく、特に規定されるものではない。

そして、この安定剤は、負に荷電している超微粒子マグネットの表面に安定剤が物理的に結

本発明の化粧用組成物において、超微粒子マグネットに安定剤を含むをすることにより、上述の作用に加えて更に長期安定性が良好になるのである。

本発明の化粧用組成物の製造方法では、上記構造を有し、この顔料として用いる水層分散性超微粒子マグネットを製造するにあたり、導電性水溶性を2段階に分けて添加し、その第一段階ではpHを酸性領域にして平均粒径が300μ以下の透明で陽性の水和酸化鉄のゾルを調製した後、これを熟成することにより、ゾルの粗度を所要の範囲に備えるのであり、次いで、これに導電性水溶性を加えて(第二段階)pHをアルカリ性領域にすることにより粒径範囲が50～350μの超微粒子マグネットが95重量%以上の割合で得られ、しかもこの超微粒子マグネットは、分散性が著しく優れる上、安定で、且つ化粧用組成物の顔料として重複優れる作用を有するのである。

本発明の化粧用組成物の製造方法において、水和酸化鉄ゾルの分散液に一次界面活性剤を加えて

合し、該超微粒子マグネットを安定化するのである。

上記安定剤としては、上述のものが挙げられる。

かくして、本願請求項1の化粧用組成物の各種特性に加えて更に安定性の優れた化粧用組成物、つまり本願請求項2の化粧用組成物が得られるのである。

そして、このようにして得られた化粧用組成物は從来の化粧品と全く同様に使用できるのである。

(e) 作用

本発明の化粧用組成物は、上記構成を有し、その顔料として超微粒子マグネットを用い、且つ該超微粒子マグネットは粒度範囲が50～350μのものを92.5重量%以上含んでいるので、安定で変色や変質がなく、また、分散性が良好であり、加えて、フレンジングの際の洗浄性が著しく良好であり、しかも化粧用組成物の柔軟性や伸び更に柔軟性が良好である上、使用感が良好であり、更に透明性が良好で化粧ばえが良いなどの作用を有するのである。

このゾルを発達させるにあたり、この界面活性剤を加える前に、予め、安定剤を加えることにより、上述の作用に加えて更に長期安定性が良好になるのである。

(f) 実施例

以下、本発明を実施例により更に詳細に説明するが、本発明はこれに限定されるものではない。

[1]化粧用顔料、つまり水層分散性超微粒子マグネットの製造

製造例1

造液第一段1. 2mol/L水溶液1Lと造液第二段1. 8mol/L水溶液1Lを混合攪拌し、この混合液を30℃に保ちながら、この混合溶液に2. 5mol/Lの反応ナトリウムをpH2. 5になるまで滴下することにより平均粒径が300μ以下の透明で陽性の水和酸化鉄ゾルを調製する(工程A)。

このゾルを30℃で3時間熟成安定化した後(工程B)、この分散液に、0.25mol/Lのオレイン酸ソーダ(一次界面活性剤)500mlを加えてこの水和酸化鉄オルガノゾルを調製させ(工程C)、次

いで、これに0-ヘキサン(有機分散媒)300mLを加え、有機層に水和酸化鉄オルガノゾルを移行、分散させ、これを水流、脱離する(工程D)。

その後、この溶液を分散し、その有機層を採取し、これに新たに水200mLを加え攪拌器を付けて2Lのフラスコ中に移し、温度75°Cで加熱攪拌しながら20重量%水酸化ナトリウム液400mLを徐々に加えてpH10.5とすることにより超微粒子マグネットを生成させる(工程E)。

この反応終了後、この溶液を洗浄し、水層を脱気後、新しく水300mLを加え(工程F)、次いで、超微粒子マグネットを水層に分散、移行させるために二次界面活性剤であるラウリル酸ナトリウム30重量%液30mLを攪拌しながら加えた。超微粒子マグネットが水層に移行し終えたならば0-ヘキサン層を除去し、水層を減圧下で濃縮し、温度60°Cで真空乾燥して、化粧用黑色顔料である水易分散性超微粒子マグネットを得た(工程G)。

この化粧用黑色顔料の収率は超微粒子マグネット

イト換算で97.5重量%であった。

この超微粒子マグネットの粒度範囲は50-350Åのものを97.5重量%含み、粒径が揃っており、しかも水への分散性が良好であることが認められた。

製造例2

実施例1において、工程(A-E)で得られた超微粒子を除去後、洗浄し、水層を除去後、新しく水300mLを加え(工程F)、次いで、超微粒子マグネットを水層に分散、移行させるために二次界面活性剤であるマグシルベンゼンスルホン酸ナトリウム30重量%液50mLを攪拌しながら加えた。超微粒子マグネットが水層に移行し終えたならば0-ヘキサン層を除去し、水層を減圧下で濃縮し、温度60°Cで真空乾燥して、化粧用黑色顔料である水易分散性超微粒子マグネットを得た(工程G)。

この化粧用黑色顔料の収率は超微粒子マグネット換算で97.5重量%であった。

この超微粒子マグネットの粒度範囲は50-

350Åのものを97.5重量%含み、粒径が揃っており、しかも水への分散性が良好であることが認められた。

製造例3

塩化第一鉄1.2mol/L水溶液1Lと塩化第二鉄2mol/L水溶液1Lを混合攪拌し、この溶液を20°Cに保ちながら、この混合溶液に2.5mol/Lの水酸化ナトリウムをpH2.2になるまで滴下することにより平均粒径が300Å以下の透明で均一の水相酸化鉄ゾルを調製する(工程A)。

このゾルを電炉で24時間熱成安定化した後(工程B)、この分散液に、0.25mol/Lのラシンール酸ナトリウム(一次界面活性剤1550mL)を加えてこの水和酸化鉄オルガノゾルを凝集させ(工程C)、次いで、これにトルエン(有機分散媒)3.00mLを加え、有機層に水相酸化鉄オルガノゾルを移行、分散させ、これを水流、脱離する(工程D)。

その後、この溶液を分散し、その有機層を採取し、これに新たに水200mLを加え攪拌器を付けて

た2Lのアテスコ中に移し、温度90°Cで加熱攪拌しながら20重量%の水酸化ナトリウム水溶液400mLを徐々に加え、超微粒子マグネットを生成させた(工程E)。

この溶液に、新しく300mLの水を加え、これに二次界面活性剤であるジオクタチルスルホン酸ナトリウムを攪拌しながら30重量%溶液で35mLを徐々に添加し、超微粒子マグネットを水層に移行、分散させた後、0-ヘキサンを分散除去し、水層を減圧濃縮し、更に温度65°Cで真空乾燥して、化粧用黑色顔料である水易分散性超微粒子マグネットを得た。

この化粧用黑色顔料の収率は超微粒子マグネット換算で97.8重量%であった。

この超微粒子マグネットの粒度範囲は50-350Åのものを98.2重量%含み、粒径が揃っており、しかも水への分散性が良好であることが認められた。

製造例4

塩酸第一鉄1.2mol/L水溶液1Lと硫酸第二

鉄 I. 0.004/l 水溶液 1 l を混合攪拌し、この液を 25 ℃ に保ちながら、この混合溶液に 2.5 mol/l/l の過酸ナトリウムを pH 3.0 になるまで滴下することにより平均粒径が 3.09 Å 以下の透明で陽性の水和鐵化鉄ソルを調製する(工程 A)。

このソルを 30 ℃ で 3 時間熟成安定化した後(工程 B)、この分散液に、0.25 mol/l/l のオレイン酸ソーダ(一次界面活性剤)500 mg を加えてこの水和鐵化鉄オルガノソルを凝集させ(工程 C)。次いで、これにヨー-ヘキサン(有機分散媒)300 ml を加え、有機層に水和鐵化鉄オルガノソルを移行、分散させ、これを水洗、脱脂する(工程 D)。

その後、この溶液を分散し、その有機層を採取し、これに新たに水 200 ml を加え表面活性剤を付けて 3 l のフラスコ中に移し、温度 75 ℃ で加熱攪拌しながら 20 重量% の水酸化ナトリウム液 8.5 ml を徐々に加えて pH 11.0 とすることにより超微粒子マグネットイトを生成させる(工程 E)。

この液に、新たに 300 ml の水を加え、これにジオクタルスルホコヘクサンナトリウムを二次界面活性剤として 0.25 mol/l/l のオレイン酸ソーダ(界面活性剤)500 mg を加えて水和鐵化鉄オルガノソルとした後、更に 20 重量% の水酸化ナトリウム水溶液を加えて(温度 80-90 ℃ で加熱攪拌し、pH 11.5)超微粒子マグネットイトを生成させた後、水層を抽出、洗浄後新たに水 300 ml を加え、水層に分散移行をするために二次界面活性剤としてラウリル酸ナトリウム 3.0 重量% 液 3.0 ml を攪拌しながら加えた。超微粒子マグネットイトが水層に移行、分散し終えたならばヨー-ヘキサン層を除去し、水層を減圧下で濃縮し、温度 65 ℃ で真空乾燥して、化粧用黑色顔料である水溶分散性超微粒子マグネットイトを得た。

この化粧用黑色顔料の収率は超微粒子マグネットイト換算で 97.2 重量% であった。

この超微粒子マグネットイトの粒度範囲は 5.0-35.9 Å のものを 97.5 重量% 含み、粒径が揃っており、しかも水への分散性が良好であることが認められた。

面活性剤として攪拌しながら 3.0 重量% 液 3.5 ml を徐々に添加し、超微粒子マグネットイトを水層に移行、分散させた後、ヨー-ヘキサンを分散除去し、水層を減圧濃縮し、温度 65 ℃ 真空乾燥して、化粧用黑色顔料である水溶分散性超微粒子マグネットイトを得た。

この化粧用黑色顔料の収率は超微粒子マグネットイト換算で 97.0 重量% であった。

この超微粒子マグネットイトの粒度範囲は 5.0-35.9 Å のものを 98.2 重量% 含み、粒径が揃っており、しかも水への分散性が良好であることが認められた。

製造例 5

硫酸第一鉄 I. 2 mol/l/l 水溶液 1 l と硫酸第二鉄 I. 0 mol/l/l 水溶液 1 l を混合攪拌し、この液を 40 ℃ に保ちながら、この混合溶液に 2.5 mol/l/l の水酸化ナトリウムを pH 2.8 になるまで滴下することにより平均粒径が 3.00 Å 以下の透明で陽性の鐵化鉄水和ソルを調製する。

このソルを温度 70 ℃ で 1 時間熟成安定化した

製造例 6

硫酸第一鉄アンモニウム(モール塩)(FeSO₄·(NH₄)₂SO₄·6H₂O) 1.3 mol/l/l 水溶液 1 l と硫酸第二鉄アンモニウム(鉄ミョウバン)(FeNH₄(SO₄)₂·12H₂O) 2.0 mol/l/l 水溶液 1 l を用いた以外は、実施例 1 と同様にして、化粧用黑色顔料である水溶分散性超微粒子マグネットイトを得た。

この化粧用黑色顔料の収率は超微粒子マグネットイト換算で 97.5 重量% であった。

この超微粒子マグネットイトの粒度範囲は 5.0-35.9 Å のものを 97.8 重量% 含み、粒径が揃っており、しかも水への分散性が良好であることが認められた。

製造例 7

実施例 1 で調製したヨー-ヘキサン超微粒子マグネットイト液(工程 A-E)に、新たに水 300 ml を加え、温度 50 ℃ で 1.0% 過酸化水素水溶液を添加しながら超微粒子マグネットイトを徐々に酸化すると同時にボリオキシエチレンオレオイルエーテル 3

2%を加え、化粧用ブラウン色顔料である水溶分散性超微粒子マグネットを導いた。

この化粧用ブラウン色顔料の収率は超微粒子マグネット換算で97.9重量%であった。

又、この超微粒子マグネットの粒度範囲は50~350Åのものを97.8重量%含み、粒径が揃っており、しかも水への分散性が良好であることが認められた。

製造例8

実施例1における工程Cにおいて、一次界面活性剤(オレイン酸ナトリウム)を加える前に、安定剤として0.2mol/L塩化アルミニウム水溶液500mLを加えて水和酸化鉄ソルの表面にアルミニウムイオン電荷を付与した以外は実施例1と同様にして、化粧用黒色顔料である水溶分散性超微粒子マグネットを導いた。

この化粧用黒色顔料の収率は超微粒子マグネット換算で97.5重量%であった。

この超微粒子マグネットの粒度範囲は50~350Åのものを98.0重量%含み、粒径が揃っ

た。又、この超微粒子マグネットを導いた以外は実施例3と同様にして、化粧用黒色顔料である水溶分散性超微粒子マグネットを導いた。

この化粧用黒色顔料の収率は超微粒子マグネット11換算で97.8重量%であった。

又、この超微粒子マグネットの粒度範囲は50~350Åのものを97.0重量%含み、粒径が揃っており、しかも水への分散性が良好であることが認められた。

製造例9

実施例4における工程Cにおいて、一次界面活性剤(オレイン酸ナトリウム)を加える前に、安定剤として0.2mol/L塩化アルミニウム水溶液500mLを加えて水和酸化鉄ソルの表面にアルミニウムイオン電荷を付与した以外は実施例4と同様にして、化粧用黒色顔料である水溶分散性超微粒子マグネットを導いた。

この化粧用黒色顔料の収率は超微粒子マグネット換算で97.8重量%であった。

又、この超微粒子マグネットの粒度範囲は50~350Åのものを97.8重量%含み、粒径が揃っており、しかも水への分散性が良好であることが認められた。

製造例9

実施例2における工程Cにおいて、一次界面活性剤(オレイン酸ナトリウム)を加える前に、安定剤として0.2mol/L塩化アルミニウム水溶液500mLを加えて水和酸化鉄ソルの表面にアルミニウムイオン電荷を付与した以外は実施例2と同様にして、化粧用黒色顔料である水溶分散性超微粒子マグネットを導いた。

この化粧用黒色顔料の収率は超微粒子マグネット換算で97.8重量%であった。

又、この超微粒子マグネットの粒度範囲は50~350Åのものを98.0重量%含み、粒径が揃っており、しかも水への分散性が良好であることが認められた。

製造例10

実施例3における工程Cにおいて、一次界面活性剤(ワシノール酸ナトリウム)を加える前に、安定剤として0.2mol/L塩化アルミニウム水溶液500mLを加えて水和酸化鉄ソルの表面にアルミニウムイオン電荷を付与した以外は実施例3と同様にして、化粧用黒色顔料である水溶分散性超微粒子マグネットを導いた。

又、この超微粒子マグネットの粒度範囲は50~350Åのものを98.3重量%含み、粒径が揃っており、しかも水への分散性が良好であることが認められた。

製造例12

実施例6における工程Cにおいて、一次界面活性剤(オレイン酸ナトリウム)を加える前に、安定剤として0.2mol/L塩化アルミニウム水溶液500mLを加えて水和酸化鉄ソルの表面にアルミニウムイオン電荷を付与した以外は実施例6と同様にして、化粧用黒色顔料である水溶分散性超微粒子マグネットを導いた。

この化粧用黒色顔料の収率は超微粒子マグネット換算で97.8重量%であった。

又、この超微粒子マグネットの粒度範囲は50~350Åのものを98.3重量%含み、粒径が揃っており、しかも水への分散性が良好であることが認められた。

化粧用超微粒子マグネット上の製造例1

1mol/L硫酸第一鉄と1mol/L硫酸第二鉄の水

溶液を各々 1 L を反応槽中に入れ、これを混合しながら 6 N H₂O₂ 水溶液を pH が 3.3 になるまで滴下した。その後約 20 分間攪拌して懸濁粒子マグネタイトコロイド溶液を調整し、次いで 10% オレイン酸ナトリウム溶液 64.0 mL を添加して 30 分間混合し、これによって、このコロイド粒子をオレイン酸ナトリウムの単分子膜で被覆する。この溶液に、非水溶性有機溶媒であるケロシン 5.50 mL を徐々に加えと同時に有機層が生ずる。

反応終了後水層を除去、洗浄後新たに水 300 mL を加え、水層に分散移行させるために二次活性剤としてラウリル酸ナトリウム 3.0 重量% 溶液 30 mL を搅拌しながら加えた。懸濁粒子マグネタイトが水層に移行し終えたならば、ヘキサン層を除去し、水層を減圧下で濃縮し、温度 65°C で真空乾燥して、化粧用黒色顔料である比較例用水分散性懸濁粒子マグネタイトを得た。

この懸濁粒子マグネタイトは粒径が 10 μm 程度のものから 500 μm を超えるものまであり、又、被覆物もあり、しかも粒径に大きなバラツキがある。

この程度で 30 分間攪拌・熟成した。この後、5 L の分散コートに移し、静置した。この上層の懸濁粒子マグネタイトコロイドが分散したトルエン層を採取した。

このトルエン層を、再び 5 L のフラスコに移し、煮沸脱水を行った。

反応終了後水層を除去、洗浄後新たに水 300 mL を加え、水層に分散移行させるために二次活性剤としてラウリル酸ナトリウム 3.0% 溶液 30 mL を搅拌しながら加えた。マグネタイトが水層に移行し終えたならば、ヘキサン層を除去し、水層を減圧下で濃縮し、温度 60°C で真空乾燥して黒色の水分散性懸濁粒子マグネタイトを得た。

この懸濁粒子マグネタイトは粒径が 10 μm 程度のものから 500 μm を超えるものまであり、又、被覆物もあり、しかも粒径に大きなバラツキがあることが認められた。

このものは粒度範囲が 50 ~ 350 μm のものを 6.2.3 重量% 含んでいた。

(2) 化粧用遮光液の製造(実施例 1 ~ 3-4)

ることが認められた。

このものは粒度範囲が 50 ~ 350 μm のものを 7.0.3 重量% 含んでいた。

化粧用遮光粒子マグネタイトの製造例 2

5 L のフラスコに、水 400 mL、トルニン 16.00 g、水酸化ナトリウム 14.0 g (0.349 mol) を順次加え、これを攪拌しながらオレイン酸 9.8 g (0.349 mol) を添加し、攪拌を 75 ~ 80°C に保ちながら 30 分間攪拌するとオレイン酸ナトリウムを含むエマルジョンとなった。次に、放温を 35°C に下げ、2.0% アンモニア水 534.3 g (8.8 mol) を加えて攪拌混合し、均一なエマルジョンを得た。

一方、予め硫酸第一鉄 7 水塩 27.8 g (1 mol)、硫酸第二鉄 6 水塩 50.8 g (1 mol)、水 1.25 L の混合水溶液を上記のエマルジョン中に滴下し、懸濁粒子マグネタイトコロイドの生成及び凝縮実験を行った。この鉄塩水溶液の滴下には 2.5 時間を要した。滴下終了時点では反応液は、黒色の分散液となつたため、放温を 75 ~ 80°C に上昇し、

実施例中、既又は例とは別て重量部又は重量% を意味する。

実施例 1 ~ 11

製造例 3 ~ 6 及び製造例 8 ~ 12 で得られた黒色顔料をそれぞれ用い、公知の方法により、下記配合物からなる化粧用遮光液を得た(重量)。

カルナウバワロ	8%
滑ロウ	1.2%
モクロウ	3%
マイクロクリスタリンワックス	1.0%
セレン	1.0%
ワセリン	2%
スクアラン	2%
ラノリン	5%
エステル	4%
黒色懸濁粒子マグネタイト	2.9%

実施例 12

製造例 7 で得られたアラウン色顔料を用い、公知の方法により、下記配合物からなる化粧用遮光液を得た(盛型アイシャドウ)。

ブラウン色超微粒子マグネタイト	15%
パール剤	25%
ステアリン酸亜鉛	8%
カオリン	10%
タルク	21%
ニスタル	5.5%
ラノリン誘導体	5.5%
香料	0.5%

実施例13

製造例7で得られたブラウン色の超微粒子マグネタイトを用い、以下に述べる方法により下記配合物から成る化粧用組成物(ケーキ状マスカラ)を得た。

トリエタノールアミン	54.0%
ステアレート	
ミツエウ	6.2%
グリセリール・モノステアレート	6.2%
カルナウバワックス	18.0%
テノリン	7.6%
ブラウン色超微粒子マグネタイト	3.0%

13と同様にして、化粧用組成物(ケーキ状マスカラ)を得た。

上記各実施例及び各比較例について、以下に述べる方法で安定性について調査した。

安定性—温度60度で1ヶ月放置後の熱和成化の減少と、温度60度で放置した場合の色の変化の両方で判断した。

その結果を第1表及び以下に示す

(以下余白)

沈殿バラフィン	5.0%
油脂及グロウを混合し溶かし、これに顔料を加えローターミルを通す。	

成膜に帯電条件しながら型に注入することにより本発明の化粧用組成物を得た。

実施例14

実施例1の用具において、製造例1の黒色超微粒子マグネタイトに代えて製造例7で得られたブラウン色超微粒子マグネタイトを用い、公知の方法により、ブラウン色の眉墨(化粧用組成物)を得た。

比較例1

比較例用超微粒子マグネタイトとの製造例1で得られた黒色超微粒子マグネタイトを用い、実施例13と同様にして、化粧用組成物(ケーキ状マスカラ)を得た。

比較例2

比較例用超微粒子マグネタイトの製造例2で得られた黒色超微粒子マグネタイトを用い、実施例

第1表

	熱和成化(直後 G)	熱和成化(1ヶ月後 G)
実施例1	380	330
実施例2	320	270
実施例3	360	310
実施例4	320	280
実施例5	320	270
実施例6	380	340
実施例7	220	220
実施例8	320	320
実施例9	320	320
実施例10	350	350
実施例11	350	350
実施例12	320	320
比較例1	145	180
比較例2	280	210

分散性…0, 1.2, 0.6のノンブランフィルターを用いて製造直後及び製造後放置2ヶ月後の分散性を調べるために遠近下20mm-Hgで遠近テストを実施した。

遠近に用いた試料はマグネットタイト膜として20重量%水分分散膜に調整したもの。

その結果を第2表に示す。

(以下余白)

第2表

	0.1	0.2	0.45	0.65	1.0	0.1	0.2	0.45	0.65	1.0
実施例1	○	○	—	—	—	○	○	—	—	—
実施例2	○	○	—	—	—	○	○	—	—	—
実施例3	○	○	—	—	—	○	○	—	—	—
実施例4	○	○	—	—	—	○	○	—	—	—
実施例5	○	○	—	—	—	○	○	—	—	—
実施例6	○	○	—	—	—	○	○	—	—	—
実施例7	○	○	—	—	—	○	○	—	—	—
実施例8	○	○	—	—	—	○	○	—	—	—
実施例9	○	○	—	—	—	○	○	—	—	—
実施例10	○	○	—	—	—	○	○	—	—	—
実施例11	○	○	—	—	—	○	○	—	—	—
実施例12	○	○	—	—	—	○	○	—	—	—
比較例1	×	×	×	△	△	×	×	×	×	△
比較例2	×	×	×	△	△	×	×	×	×	△

- : ノンブランフィルター上にまったく被覆物が残らない。
- : ノンブランフィルター上に僅かに被覆物がみられる。
- △: ノンブランフィルター上に明らかに被覆物が残っている。
- ×: ノンブランフィルター上一面に被覆物が残っている。

化粧用素材に対する分散性について調査した結果、各実施例のものは化粧用素材との相溶性が良好で、攪拌、混合によって全体に速やかに分散し、しかも分散膜、放置しても分離、凝聚等の異常は認められなかった。

これに対し、各比較例のものは化粧用素材との相溶性、分散性が悪く、またこになつたり、偏析、凝聚更に凝聚等の異常が認められた。

このように、分散性に大きな相異ができたのは、粒子のバラツキによるものと解される。

安定性について、実施例1～7のものは45日目ごろから僅かに色変が認められ、又、実施例8～12(安定剤を配合)のものは80日間変化が認められなかつたが、各比較例のものは7日程度で色変が認められた。

この安定性の差は粒子のバラツキの程度に起因しているものと解される。つまり粒子が細か過ぎると活性で不安定になり、空気酸化によって変色、変質しやすくなるものと解される。

特に安定剤を用いた化粧用成膜物は長期間安定性に

保れていることが認められる。

又、各実施例のものはクレンクングの際の洗浄性が著しく良好で、化粧用成膜物の伸びや広がり更にのりが良好であり、使用に際して具和密がなく、透明性が良好で化粧映えがよく思ひで見えるのに対し、各比較例のものはテンテンシングの際の洗浄性が悪く悪く、化粧が落ちないのであり、また、化粧用成膜物の伸びや広がり更にのりが悪いのであり、使用に際してざらつき等の異常感があり、透明性が悪く化粧映えが悪くすんで見えることが認められた。

(c) 発明の効果

本発明は、上述のとおりに構成されているので、以下に記載されるような効果を有する。

請求項1の化粧用成膜物においては、上記成膜物を有し、その樹脂として超微粒子マグネットタイトを用い、且つ該超微粒子マグネットタイトは粒度範囲が5.0～35.0μのものを92.5重量%以上含んでいるので、空気で発色や変質がなく、また、分散性が良好であり、加えて、クレンクングの際の

機能性が著しく良好で、しかも化粧用組成物の伸びや延がり更に成りが良好である上、使用感が良好であり、更に透明性が良好で化粧ばえが良いなどの効果を有するのである。

請求項2の化粧用組成物において、屈折粒子マグネタイトに安定剤を含有させることにより、上述の効果に加えて更に其の安定性が良好になるのである。

請求項3の化粧用組成物の製造方法では、上記構成を有し、この顔料として用いる水溶分散性屈折粒子マグネタイトを製造するにあたり、塩基性水溶液を2段階に分けて添加し、その第一段階では陽性酸性顔料にして平均粒径が300Å以下の透明で陽性の水溶分散性のソルを調製した後、これを熟成することにより、ソルの粒径を所要の範囲に擴えるのである。次いで、これに塩基性水溶液を加えて(第二段階)ソルをアルカリ性領域にすることにより粒径範囲が50-350Åの屈折粒子マグネタイトが95重量%以上の割合で得られ、しかもこの屈折粒子マグネタイトは、分散性が著

しく優れる上、安定で、且つ化粧用顔料として至極優れる効果を有するのである。

請求項4の化粧用組成物の製造方法において、水溶分散性顔料の分散液に一次界面活性剤を加えてこのソルを凝聚させるにあたり、この界面活性剤を加える前に、すみ、安定剤を加えることにより、上述の効果に加えて更に其の安定性が良好になるのである。

特許出願人 両洋製油株式会社
代理人 井理士 清 古代油

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS**
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.